

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-168004

(43)Date of publication of application : 04.07.1995

(51)Int.Cl.

G02B 1/11
G08J 7/00
G08J 7/00
G08J 7/04

(21)Application number : 05-293501

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 24.11.1993

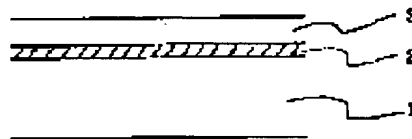
(72)Inventor : MIYASHITA SATORU

(54) FORMATION OF ANTIREFLECTION FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an optical device of high visibility and high permeability at low cost by forming an antireflection film of high reliability over the surface of a transparent base using a method that provides a high mass-producing effect.

CONSTITUTION: At least one or more of the following processes are employed: (1) activating the surface of a transparent base; (2) forming a coupling compound layer 2 over the surface of the transparent base 1 by reacting the surface with a silicon compound; (3) applying a fluorine-containing organic solution having at least a monomer, oligomer or polymer of a polymeric fluorine-containing organic compound dissolved therein to the surface of the transparent base 1 into a specific thickness between $0.05 \mu\text{m}$ and $1 \mu\text{m}$, and polymerizing it using either a heating, ultraviolet irradiation or electron beam irradiation method to form a thin film 3 of fluorine-containing high polymer; (4) subsequent to formation of the thin film 3 of fluorine-containing high polymer over the surface of the transparent base 1, accelerating polymerization and crosslinking the fluorine-containing high polymer through electron beam irradiation, thus hardening the thin film 3.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-168004

(43)公開日 平成7年(1995)7月4日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 1/11				
C 0 8 J 7/00		Z 7310-4F		
	3 0 2	7310-4F		
7/04		Z		
			G 0 2 B 1/ 10	A
			審査請求 未請求	請求項の数17 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平5-293501

(22)出願日 平成5年(1993)11月24日

(71)出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72)発明者 宮下 悟

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ

ーエプソン株式会社内

(74)代理人 弁理士 鈴木 喜三郎 (外1名)

(54)【発明の名称】 反射防止膜の形成方法

(57)【要約】

【目的】 透明性基材の表面に量産効果の高い方法で信頼性の高い反射防止膜を形成することにより、視認性の高く透過率の高い光学デバイスを安価で提供する。

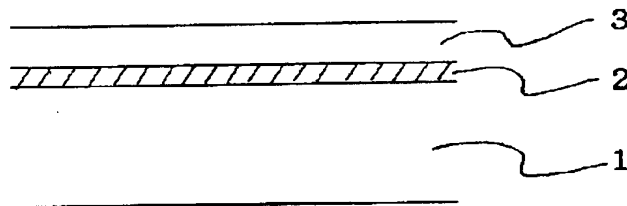
【構成】 少なくとも以下の工程の一つ以上用いることで達成される。

(1) 透明性基材の表面に表面活性化処理を行なう工程。

(2) 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成する工程。

(3) 少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成する工程。

(4) 透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成した後、電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させる工程。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行った後、含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項2】 透明性基材の表面の表面活性化処理がコロナ放電、酸素プラズマまたはオゾン曝露、紫外線照射、酸またはアルカリ洗浄、研磨剤による粗面化いずれかまたは複数の処理であることを特徴とする請求項1記載の反射防止膜の形成方法。

【請求項3】 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成した後、含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項4】 少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項5】 重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを含フッ素有機溶剤に溶解し、更に反応開始剤または含フッ素シリコン化合物を添加して塗布液とすることを特徴とする請求項4記載の反射防止膜の形成方法。

【請求項6】 透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成した後、電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項7】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行ない、更に該透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させ、カップリング化合物層を形成した後、含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項8】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行ない、少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、該透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項9】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行った後、該透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項10】 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成し、少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あ

るいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、該透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項11】 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成した後、該透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項12】 少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項13】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行ない、更に該透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成した後、少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、該透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成することを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項14】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行ない、更に該透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成した後、該透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項15】 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成し、少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、該透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項16】 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成し、少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚

になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【請求項17】 透明性基材の表面に表面活性化処理を行ない、更に該透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成した後、少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成し、更に電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることを特徴とする反射防止膜の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は透明電極基板、保護板、偏光板、防眩フィルム等の透明性基材の反射防止に関し、液晶表示装置やペン入力装置等の光学デバイスの視認性向上に利用できる。

【0002】

【従来の技術】 液晶表示装置やペン入力装置等に用いられる透明電極基板、保護板、偏光板、防眩フィルム等の透明性基材は、その片面で5%程度の反射が発生し、視認性の低下や透過率の低下を引き起こしている。減反射コーティングとしては、フッ化マグネシウム等の低屈折率材料を蒸着する方法や、屈折率の異なる多層膜を蒸着で形成することが知られ、眼鏡レンズなどで実用化されている。しかし、蒸着法はスループットが良くない高価な真空装置を必要とするため特に大きな面積を必要とする用途のためには、非常に高価なものになってしまうという問題があった。

【0003】 そこで低屈折材料である透明性フッ素樹脂を溶媒に溶かして塗布し、反射防止膜を形成する方法が提示されている（特開平3-170901、特開平4-63283、特開平4-81756など）。大面積の基材に対し連続的な反射防止膜の形成が可能のため、大幅なコストダウンが期待された。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、実際に透明性基材に透明性フッ素樹脂を塗布してみると、基材との密着力の弱いこと、表面硬度の低いことから、剥離や傷が発生し易く信頼性の点で課題があった。素材としての強度が発現する1 μ m以上の膜厚では、光学特性に影響を与え、反射率の増加、干渉色による色付き、膜厚の不均一性に起因する色むらのため視認性の低下が発生した。

【0005】 そこで本発明はこのような課題を解決するもので、その目的とするところは透明性基材の表面に量

産効果が高く、しかも実用に耐えるだけの信頼性を備えた反射防止膜の形成方法を提供することにより、視認性の高く透過率の高い光学デバイスを安価で達成するところにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記目的は、少なくとも以下の工程を一つ以上用いることで達成される。

【0007】 (1) 透明性基材の表面に表面活性化処理を行なう工程。

【0008】 (2) 透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させてカップリング化合物層を形成する工程。

【0009】 (3) 少なくとも重合性含フッ素有機化合物のモノマー、オリゴマー、あるいはポリマーを溶解した含フッ素有機溶液を、透明性基材の表面に0.05 μ mから1 μ mの間の規定の膜厚になるように塗布し、加熱、紫外線照射、電子線照射いずれかの方法で重合させ含フッ素高分子薄膜を形成する工程。

【0010】 (4) 透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成した後、電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させる工程。

【0011】

【作用】 透明性基材と含フッ素高分子薄膜との密着性を向上させるためには、基材の表面エネルギーを高くすることが有効である。コロナ放電、酸素プラズマまたはオゾン曝露、紫外線照射、酸またはアルカリ洗浄、研磨剤による粗面化等の表面活性化処理により、表面に付着した汚れを除去し、極性の高い反応基を高密度で透明性基材表面に付与することができる。基材の種類や表面活性化処理方法、保存環境にも依存するが、表面エネルギーは時間の経過と共に減少していく。通常の塗膜材料であれば、成膜時に基材の活性化処理がなされていれば密着強度は初期の特性を維持するが、分子間相互作用の極端に弱い含フッ素高分子薄膜の場合、時間の経過と共に密着強度が減少していくことがある。

【0012】 そのような場合透明性基材の表面にシリコン化合物を反応させて、カップリング化合物層を形成することが有効である。アミノシラン等の基材との反応性が高く、極性基を有した化合物を反応させると、基材の表面エネルギーを高く保つことができる。前もって透明性基材を表面活性化処理しておく、シリコン化合物の結合密度が更に高くなり、より好ましい。

【0013】 また、あらかじめ重合させた含フッ素高分子を溶媒に溶かして塗布するより、重合性含フッ素有機化合物のモノマーやオリゴマーを塗布し、透明性基材の表面で加熱、紫外線照射、電子線照射等の方法で重合させた方が密着強度は強くなる。含フッ素有機溶剤に溶解する含フッ素シリコン化合物を添加して塗布液とすると、基材との密着力は化学結合を介するため、密着力は更に強くなり、経時劣化がなくなる。前もって透明性基材を表面活性化処理したり、カップリング化合物層を形成

しておくとは結合密度が更に高くなり、より好ましい。

【0014】次に含フッ素高分子薄膜の表面硬度を高める方法であるが、溶媒に可溶の透明性含フッ素高分子で、鉛筆硬度H以上の材料は未だ報告されていない。そのため重合性含フッ素有機化合物のモノマーやオリゴマーを溶媒に溶かして塗布し、透明性基材の表面で加熱、紫外線照射、電子線照射等の方法で重合させ、不溶の透明性含フッ素高分子薄膜を形成する。普通に反射防止効果を得るために用いられる膜厚は、 $(\text{光の波長}) \div 4 \div (\text{膜の屈折率})$ の奇数倍で求められ、可能性としては0.05 μm から1 μm の間となる。しかし、膜厚が厚くなるほど反射率の波長依存性が高くなり、視認性を考慮すると0.1 μm 程度の膜厚で表面硬度を達成する必要がある。この膜厚では、重合が十分に進まず素材としての強度が発現しない。

【0015】そこで、透明性基材の表面に含フッ素高分子薄膜を形成した後、電子線照射により重合の促進及び含フッ素高分子の架橋を行ない、薄膜を硬化させることが有効である。溶媒可溶性の含フッ素高分子であっても、架橋により硬化は推進される。電子線の透過能力は材料の厚みに伴って急激に減少するため、本発明のように対象物が薄膜の場合、加速電圧がさほど高くなくとも効果が大きく量産に適している。反応開始剤や反応性官能基は不用であるが、高分子の種類により、電子線照射で架橋するものと崩壊するものがあるため、置換基の α 位がプロトンとなることなど材料の選定が必要となる。

【0016】

【実施例】

(実施例1～7)表面をハードコート処理した、透明なアクリル製の基板を用意した。まず、低圧水銀ランプの光を照射して、表面活性化処理を行なった。水との接触角は、70度から20度に低下し、効果を確認した。更に、次にシリコン化合物であるアミノシラン(SH6020、トーレスシリコン社製)の0.5重量%水溶液に2分間浸漬し、水洗した後60℃で乾燥しカップリング化合物層を形成した。重合性のモノマーであるパーフルオロアルキルアクリレートと反応開始剤を、トリフルオロメチルベンゼンに溶解し、前処理を施した透明なアクリル製の基板両面に、ディップ法を用いて塗布した。高圧水銀ランプの光を照射してモノマーを重合し膜厚0.

1 μm 、屈折率1.39の含フッ素高分子薄膜を形成した。全線透過率は90%から96%になり、減反射効果を確認できた。更に窒素雰囲気中、アクリル製の基板表面に電子線を30キロボルトの加速電圧で照射し、反射防止膜を硬化させた。赤外吸収スペクトル分析で、残存二重結合は極微量であり、重合が進んでいることが確認できた。また鉛筆硬度で2H有り、フッ素系の溶媒にも溶解せず、三次元架橋が進んでいることが示唆された。

【0017】このようにして反射防止膜を形成した、透明なアクリル製基板の模式的な断面の拡大図を図1に示す。図1において、1はアクリル製基板、2がカップリング化合物層、3が含フッ素高分子薄膜である。このアクリル製基板を切断し、ポケット液晶テレビの前面保護板として用いたところ、表面反射の少ない明るく見やすいディスプレイを実現できた。

【0018】反射防止膜の密着性は、基盤目試験100/100と良好で、耐擦傷性は#0000のスチールウールを1 kg/cm^2 の荷重をかけて10往復させても傷が認められなかった。また、アルコール、酸、アルカリ、洗剤の滴下実験において異常は認められなかった。信頼性を確認するため50℃、90%RHで1000時間の高湿高湿試験において、剥がれ、クラック等は発生せず、ヤケも発生しなかった。また-20℃、25℃、60℃の熱衝撃試験においても、異常は認められなかった。20000ラングレイの日光暴露試験においても、異常は認められなかった。液晶テレビの前面保護板を試みに指で触れてみたが、指紋は付きにくく、付いた指紋も容易に拭き取ることができた。また、汚れが激しい場合でも、中性洗剤や市販の眼鏡クリナー等でクリーニングすることにより、初期の特性に回復させることができた。屋外使用も含めた、ポータブルユースに適した液晶表示装置を提供できた。

【0019】実施例として、以上述べてきた工程を一部割愛した場合の信頼性特性の概要を表1に示す。工程を1つでも用いることで、信頼性の向上が計られた。表1において○は実用可能レベル、△は条件付実用レベル、×は実用不能レベルをそれぞれ示す。

【0020】

【表1】

	処理工程			信頼性		
	活性化	カップリング	電子線	密着性	硬度	高温高湿
実施例1	有	有	有	○	○	○
実施例2	有	有	有	○	×	×
実施例3	有	有	有	○	×	×
実施例4	有	有	有	△	×	×
実施例5	有	有	有	○	×	×
実施例6	有	有	有	○	○	△
実施例7	有	有	有	○	○	○
比較例1	無	無	無	△	×	×

【0021】(実施例8～13)片面にITO透明電極をスパッタしたガラス基板を用意した。このガラス基板

をオゾンガスに曝し、表面活性化処理を行なった。ITO面の水との接触角は、60度から10度に低下し、効

果を確認した。次にシリコン化合物である γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランの1重量%エタノール溶液に2分間浸漬し、80℃で乾燥しカップリング化合物層を形成した。重合性のオリゴマーであるフルオロアルキルシロキサンの一部の分子末端をエポキシ基で置換し、ビス(トリフルオロメチル)ベンゼンに溶解し、前処理を施した透明電極付ガラス基板両面に、ディップ法を用いて塗布した。150℃で2時間加熱し、オリゴマーを重合し膜厚0.3 μ m、屈折率1.38の含フッ素高分子薄膜を形成した。全線透過率は85%から96%になり、減反射効果を確認できた。更に窒素雰囲気中、ガラス基板表面に電子線を30キロボルトの加速電圧で照射し、反射防止膜を硬化させた。赤外吸収スペクトル分析で、残存エポキシ基は極微量であり、重合が進んでいることが確認できた。また鉛筆硬度で3H有り、フッ素系の溶媒にも溶解せず、三次元架橋が進んでいることが示唆された。

【0022】このようにして反射防止膜を形成した透明電極付ガラス基板を切断し、静電容量方式のタッチパネルに用いたところ、透明度が高く、外光の反射が少なく認識しやすいタッチパネルが達成できた。含フッ素高分子層が形成されていても、静電容量方式のタッチパネルとして、全く問題なく位置検出することができた。また2Hの鉛筆では、表面に傷をつけることができなかった。液晶表示装置とタッチパネルを組み合わせたところ、

表示表面における輝度は、従来の50カンデラから55カンデラ以上に向上した。面内の輝度分布もほとんど観察されず、明るく見栄えの良い情報入出力装置を達成できた。

【0023】反射防止膜の密着性は、基盤目試験100/100と良好で、耐擦傷性は#0000のスチールウールを1kg/cm²の荷重をかけて10往復させても傷が認められなかった。また、アルコール、酸、アルカリ、洗剤の滴下実験において異常は認められなかった。信頼性を確認するため50℃、90%RHで1000時間の高温高湿試験において、剥がれ、クラック等は発生せず、ヤケも発生しなかった。また-20℃、25℃、60℃の熱衝撃試験においても、異常は認められなかった。20000ラングレイの日光暴露試験においても、異常は認められなかった。タッチパネル表面を試みに指で触れてみたが、指紋は付きにくく、付いた指紋も容易に拭き取ることができた。また、汚れが激しい場合でも、中性洗剤や市販の眼鏡クリナー等でクリーニングすることにより、初期の特性に回復させることができた。

【0024】実施例として、以上述べてきた工程を一部割愛した場合の信頼性特性の概要を表2に示す。工程を1つでも用いることで、信頼性の向上が計られた。

【0025】

【表2】

	処理工程			信頼性		
	活性化	カップリング	電子線	密着性	硬度	高温高湿
実施例7	有	有	有	○	○	○
実施例8	有	有	有	○	△	×
実施例9	有	有	有	○	△	×
実施例10	有	有	有	×	○	×
実施例11	有	有	有	○	△	×
実施例12	有	有	有	○	○	△
実施例13	有	有	有	○	○	○
比較例2	無	無	無	×	△	×

【0026】(実施例14~16)アクリル樹脂中にシリカ粒子が分散したHaze15%のアンチグレア層を持つ偏光板を用意した。まず、20キロボルトの電圧をかけてコロナ放電させている電極間に偏光板を通過させ、表面活性化処理を行なった。水との接触角は、80度から15度に低下し、効果を確認した。含フッ素有機溶剤であるフッ素化トリフルオロエチレン(住友スリーエム社製)に可溶性含フッ素高分子である「テフロンAF1600」(デュポン社製)を濃度1.5重量%、含フッ素シリコン化合物であるビス(2-(パーフルオロヘプチル)エチル)- γ -ブチルアミノシランを0.05重量%溶かした溶液を、前処理を施した偏光板表面に、ロールコート法を用いて塗布した。60℃で2時間加熱し、膜厚0.7 μ m、屈折率1.31の含フッ素高分子薄膜を形成した。表面の平均反射率は4.5%から1.3%になり、減反射効果を確認できた。また曇度はHaze15%のままで、アンチグレア効果は維持されていた。更に窒素

雰囲気中、偏光板表面に電子線を20キロボルトの加速電圧で照射し、反射防止膜を硬化させた。鉛筆硬度でH有り、フッ素系の溶媒にも溶解せず、三次元架橋が進んでいることが示唆された。

【0027】このようにして反射防止膜を形成した偏光板を切断し、パーソナルコンピューター端末の液晶ディスプレイに用いたところ、外光の映り込みのない、明るく見やすいディスプレイを実現できた。

【0028】反射防止膜の密着性は、基盤目試験100/100と良好で、耐擦傷性は#0000のスチールウールを200g/cm²の荷重をかけて10往復させても傷が認められなかった。また、アルコール、酸、アルカリ、洗剤の滴下実験において異常は認められなかった。信頼性を確認するため50℃、90%RHで1000時間の高温高湿試験において、剥がれ、クラック等は発生せず、ヤケも発生しなかった。また-20℃、25℃、60℃の熱衝撃試験においても、異常は認められな

かった。20000ラングレイの日光暴露試験においても、異常は認められなかった。表示面の偏光板を試みに指で触れてみたが、指紋は付きにくく、付いた指紋も容易に拭き取ることができた。また、汚れが激しい場合でも、中性洗剤や市販の眼鏡クリナー等でクリーニングすることにより、初期の特性に回復させることができた。

【0029】実施例として、以上述べてきた工程を一部割愛した場合の信頼性特性の概要を表3に示す。工程を1つでも用いることで、信頼性の向上が計られた。

【0030】

【表3】

	処理工程		信頼性		
	活性化	電子線	密着性	硬度	高温高湿
実施例14	有	有	○	○	○
実施例15	有	有	○	×	○
実施例16	有	有	△	○	△
比較例3	無	無	×	×	×

【0031】（実施例17～19）アクリル樹脂中にシリカ粒子が分散したHaze5%のアンチグレア層を持つ防眩フィルムを用意した。まず、アルミナの研磨用粉末を表面に吹き付け、5重量%の水酸化カリウム水溶液で洗浄し、表面活性化処理を行なった。水との接触角は、80度から25度に低下し、効果を確認した。更に、次にシリコン化合物であるアミノシラン（サイラエースS330、チッソ社製）の1重量%エタノール溶液に2分間浸漬し、水洗した後60℃で乾燥しカップリング化合物層を形成した。重合性のモノマーであるフルオロアルキルアクリラートを、トリフルオロメチルベンゼンに溶解し、前処理を施した防眩フィルム表面に、ロールコート法を用いて塗布した。窒素雰囲気中、偏光板表面に電子線を30キロボルトの加速電圧で照射し、膜厚0.1μm、屈折率1.38の含フッ素高分子薄膜を形成した。表面の平均反射率は4.5%から1.5%になり、減反射効果を確認できた。また曇度はHaze5%のままで、アンチグレア効果は維持されていた。反射防止膜は鉛筆硬度で2H有り、フッ素系の溶媒にも溶解せず、三次元架橋が進んでいることが示唆された。

【0032】このようにして反射防止膜を形成した防眩フィルムを切断し、ポケット液晶テレビの表面に接着剤を介して貼り付けたところ、外光の映り込みのない、明

るく見やすいディスプレイを実現できた。

【0033】反射防止膜の密着性は、基盤目試験100/100と良好で、耐擦傷性は#0000のスチールウールを1kg/cm²の荷重をかけて10往復させても傷が認められなかった。また、アルコール、酸、アルカリ、洗剤の滴下実験において異常は認められなかった。信頼性を確認するため50℃、90%RHで1000時間の高温高湿試験において、剥がれ、クラック等は発生せず、ヤケも発生しなかった。また-20℃、25℃、60℃の熱衝撃試験においても、異常は認められなかった。20000ラングレイの日光暴露試験においても、異常は認められなかった。表示面の偏光板を試みに指で触れてみたが、指紋は付きにくく、付いた指紋も容易に拭き取ることができた。また、汚れが激しい場合でも、中性洗剤や市販の眼鏡クリナー等でクリーニングすることにより、初期の特性に回復させることができた。屋外使用も含めた、ポータブルユースに適した液晶表示装置を提供できた。

【0034】実施例として、以上述べてきた工程を一部割愛した場合の信頼性特性の概要を表4に示す。工程を1つでも用いることで、信頼性の向上が計られた。

【0035】

【表4】

	処理工程		信頼性		
	活性化	カップリング	密着性	硬度	高温高湿
実施例17	有	有	○	○	○
実施例18	有	有	○	○	△
実施例19	有	有	△	○	△
比較例4	無	無	△	○	×

【0036】以上実施例を挙げて述べてきたが、重合性含フッ素有機化合物やシリコン化合物などは既知物質が各種存在し、本発明の反射防止膜の形成方法においては、使用材料はなんら限定されるものではない。

【0037】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば透明性基材の表面に量産効果が高く、しかも実用に耐えるだけの信頼性を備えた反射防止膜の形成方法を提供することにより、視認性の高く透過率の高い光学デバイスを安

価で達成することができた。

【0038】本発明の方法で反射防止を施した透明電極基板、保護板、偏光板、防眩フィルム等の透明性基材を用いた液晶表示装置やペン入力装置は、部品構成上は全く従来と変わらないため、本発明の導入により即座に大きな視認性の向上を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施例1におけるアクリル製基板の模式的な断面の拡大図である。

【符号の説明】

1 アクリル製基板

2 カップリング化合物層

3 含フッ素高分子薄膜

【図1】

